

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 58-042704

(43)Date of publication of application : 12.03.1983

(51)Int.Cl.

B22F 9/20

H01F 1/06

(21)Application number : 56-140350

(71)Applicant : MITSUI TOATSU CHEM INC

(22)Date of filing : 08.09.1981

(72)Inventor : ISHIBASHI TOSHINORI

(54) PRODUCTION OF MAGNETIC IRON POWDER

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain magnetic iron powder for magnetic recording materials having excellent dispersibility, orientability and magnetic characteristics by adding Ca ions to an aq. suspension of goethite deposited with water glass and subjecting the suspension to filtering, heating and reducing.

CONSTITUTION: Water glass is added to an aq. suspension of goethite (needle hydrated ferric oxide) under agitation to deposit the water glass on the goethite. Nitric acid, etc. are added to the soln. to control pH to about 6W8. Ca ions of an aq. calcium chloride, etc. are added under agitation to allow the slurry to flocculate. The flocculated slurry is filtered and the resultant cake is rinsed and dried. After the dried cake is calcined and reduced, oxidized films are formed on the surfaces of the reduced iron powder, whereby magnetic iron powder is obtained. In this method, Na ions in the water glass are substituted with Ca ions by the addition of the Ca salt, whereby the residual content of Na is reduced. Filtering and rinsing are made easy by the coagulation of the slurry.

⑬ 日本国特許庁 (JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭58—42704

⑪ Int. Cl.³

B 22 F 9/20

H 01 F 1/06

識別記号

庁内整理番号

6535—4K

7354—5E

⑭ 公開 昭和58年(1983)3月12日

発明の数 1

審査請求 未請求

(全 8 頁)

⑮ 磁性鉄粉の製造法

⑯ 特 願 昭56—140350

⑰ 出 願 昭56(1981)9月8日

⑱ 発 明 者 石橋俊則

⑲ 出 願 人

高石市西取石三丁目9番142号

三井東圧化学株式会社

東京都千代田区霞が関3丁目2

番5号

1. 発明の名称

磁性鉄粉の製造法

2. 特許請求の範囲

1 水ガラスを被着したゲーサイトの水系懸濁液を濾過、加熱、還元する磁性鉄粉の製造法において、水系懸濁液にカルシウムイオンを存在させることを特徴とする方法。

2 水系懸濁液のpHが6～8であることを特徴とする特許請求の範囲第一項記載の方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は分散性、配向性が優れ、且つ磁気特性が優れた磁気記録材料用の磁性鉄粉の製造法に関する。

高密度記録用の磁性材料として磁性鉄粉が注目されているが、針状でかつ分散性、配向性の優れた磁性鉄粉を得るためには、出発原料としての針状ゲーサイトに耐熱成分を必要量均一に被着させねばならない。この均一性の要求度は磁性酸化鉄粉製造の場合に比べて格段にきびしい。即ち、磁性酸化鉄粉では還元がマグネタイト(Fe_3O_4)ど

まりであるのに対し、磁性鉄粉ではほぼ鉄にまで還元せねばならず、還元処理時に進行する針状粒子間の焼結が激しくこれを防止するためにゲーサイトに添加する耐熱成分の量、及び被着均一性が最終製品である磁性鉄粉の品質を大きく左右する。なお本発明で言うゲーサイトとは針状含水酸化第二鉄($\alpha\text{-FeOOH}$)であり、鉄塩単独又はこれに他金属例えばクロム、ニッケル、コバルト、亜鉛等の塩を添加して湿式反応で沈澱させて得たものを言う。

このように出発原料であるゲーサイトに耐熱成分を被着する工程は重要であるが、工業的にみて安価で容易な方法でなければならない。

従って耐熱成分として安価な水ガラスを用い、 SiO_2 をゲーサイト表面に被着形成する検討が広く行なわれている。なお、分散剤例えばメタリン酸塩等を用いて被着の均一を計ることも公知でありこれも本発明の実施を妨げるものではない。

水ガラスの希薄水溶液もアルカリ領域において分散剤として利用される。従って SiO_2 の原料

特開昭58-42704(2)

として水ガラスを使用すればゲーサイトを水中に均一に分散させることができ、従ってゲーサイト表面への SiO_2 の被着の均一を計ることもできる。

ゲーサイトの水懸濁液に水ガラスを添加して攪拌し、懸濁液を中和して濾過、水洗して SiO_2 を被着ゲーサイトを得る際に pH を 6 程度にすればゲーサイトが凝集するため濾過、水洗が容易となる。また pH が低い程水洗後のゲーサイトに残留するナトリウムが減少する傾向にある。

しかし pH 3~5 に調整して濾過、水洗、乾燥してもゲーサイトにはナトリウムが 400~1000 ppm 程度は残留する問題がある。残留したナトリウムは耐熱成分として被着した SiO_2 の耐熱性を下げるため極力除去する必要がある。しかし上述の条件で水洗をくり返しても 400 ppm 以上のナトリウムは残留する。

表面に耐熱成分を被着したゲーサイトは 250~400℃ で脱水してヘマタイト ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) とし、更に高温で焼成してヘマタイト粒子を焼きしめる。この場合の焼成温度は通常 350~850℃

の範囲、特に 550~700℃ の範囲で行なわれる。

高温で焼成したヘマタイトは H_2 中で還元し磁性鉄粉とする。還元温度は通常 300~500℃ の範囲で行なわれる。この場合今仮りにゲーサイト 100 部に対し 1.2 部の SiO_2 を被着させこの時 400 ppm のナトリウムが残留したとして、 SiO_2 の耐熱性への影響を考察する。この場合

$$\frac{\text{SiO}_2}{\text{Na}_2\text{O} + \text{SiO}_2} \text{ の値は } 0.957 \text{ となる。}$$

J. Am. Chem. Soc., 61, 2869 (1939) に記載された $\text{SiO}_2\text{-Na}_2\text{O}$ の相図をみると約 780℃ で $\text{Na}_2\text{O} \cdot 2\text{SiO}_2$ (Li_2S) と SiO_2 (solid) にわかれ、この場合熔融成分 $\text{Na}_2\text{O} \cdot 2\text{SiO}_2$ の割合は $\text{Na}_2\text{O-SiO}_2$ 全量に対し 12.6 重量パーセントに及ぶ。一般に焼結は熔融よりかなり低温で起こることが知られており、800℃ 以下の熱処理下で残留ナトリウムの焼結に対する悪影響、特に粒子間の融着即ち磁性鉄粉の分散性悪化は無視できないことが明らかである。

本発明者は水ガラスを用いたゲーサイトの耐熱

処理につき種々検討を重ねた結果、簡単に洗浄だけで水ガラス被着ゲーサイトへの残留ナトリウム濃度を大幅に低減させ、かつ SiO_2 を均一に定量性よく被着させる技術である本発明を完成した。即ち、本発明は水ガラスを被着したゲーサイトの水系懸濁液を分別、加熱、還元する磁性鉄粉の製造法において、水系懸濁液にカルシウムイオンを存在させることを特徴とする磁性鉄粉の製造法である。

水ガラスは 1 号~4 号水ガラスのいずれも用いられている。水ガラスの使用量は原料ゲーサイト粒子の大きさ及びゲーサイト組成を考慮して適宜決定されているが、Si 換算で最低 0.2 wt% は使用されているようである。ゲーサイト懸濁液に水ガラスを添加した後は pH を 6 以上に調整することは本発明の実施に好ましい。水ガラスを添加したスラリーはアルカリ領域にあるため、そのままでもよいが塩酸、硝酸、硫酸のいずれかを加えて pH を 6~8 程度に調整してもよい。pH 調整のために使用する酸は本発明で共存させるカルシ

ウムイオンと反応して難不溶性の塩を形成しないものが好ましい。pH を 6 以下にすると使用する酸量が増え、また被着処理を行なった後の濾液の廃棄の際にアルカリにて中和しなければならなくなる。カルシウムイオンを共存させるためには水溶性カルシウム塩として硝酸カルシウム、塩化カルシウム、水酸化カルシウム等を選べば良い。水溶性カルシウム塩を添加するとゲーサイトに吸着した水ガラスのうち Na イオンが Ca イオンで置換され、Na 残留量を低減できるとともにスラリーが凝集して濾過・水洗が容易になるため工業的に有利である。水ガラスの Na イオンと Ca イオンの置換は例えば H.T.S. Britton の著書 Hydrogen Ions 3rd ed. Vol. 2, p106 (1942) Chapman. Hall Ltd, London に示されている。

また、Ca 塩を添加すれば強分散した懸濁液を凝集させ濾過、水洗作業を容易にする利点もある。ゲーサイトの水ガラス懸濁液の pH が大略 5~6.5 の領域では凝集をおこすが、それ以外の領域では強分散し、濾過しづらい状態にある。

このように水溶性 Ca 塩の添加により水系懸濁液にカルシウムイオンを共存させると水ガラスの Na イオンを Ca イオンで置換し、ゲーサイトへの残存ナトリウムの悪影響を低減できるとともに、ゲーサイトの水懸濁液を凝集させて、水洗・戸過がきわめて容易に出来る。また凝集は pH 6 以上でもおこるため廃液処理上も有利である。

そして、カルシウムイオンを添加するゲーサイトの水系懸濁液は pH を 6~8 とずることは実施例 1, 3 とと実施例 5 との比較において還解される通りゲーサイトへの SiO_2 の被着量を高く保つ効果もある。

実施例 1

アルカリ側領域で合成したゲーサイトを水洗し、ゲーサイト 100 g、水 2 L からなる懸濁液を調製した。懸濁液の pH は 9.2 であった。次に、 SiO_2 として 1.62 g 含む 3 号水ガラスの水溶液を懸濁液に添加し、30 分間攪拌した。添加量はゲーサイト 100 部に対し SiO_2 0.76 部に相当する。pH 及び粘度は各々 10.8、10 cP で

表-1 ゲーサイトの組成分析値

	ゲーサイト 100 重量部基準
Si	0.72
Ca	0.08
Na	6.4×10^{-3}

即ち水洗後のゲーサイト中に残留するナトリウム量はゲーサイト中に 64 ppm ときわめて少ないことがわかる。

なお使用したゲーサイトは長軸 0.4 μ 、短軸 0.03 μ 、比表面積 33 m^2/g の針状粒子であった。

実施例 2

アルカリ側領域で合成した Cr を Fe 100 重量部に対して 0.5 重量部含有するゲーサイトを水洗し、ゲーサイト 100 g、水 2 L からなる懸濁液を調製した。懸濁液の pH は 8.9 であった。

次に SiO_2 として 0.857 g 含む 4 号水ガラスの水溶液を懸濁液に添加し、30 分間攪拌した。添加量はゲーサイト 100 部に対し SiO_2 0.4 部に相当する。pH 及び粘度は各々 10.7、20 cP で

あった。

特開昭58-42704(3)

次に硝酸を加えて pH を 7 に調整し 30 分間攪拌した。粘度は 8 cP であった。

このあと塩化カルシウム 0.31 g を溶解した水溶液を加えて 30 分間攪拌した。添加量はゲーサイト 100 部に対して Ca 0.11 部に相当する。pH 及び粘度は 6.8、330 cP であった。この時の懸濁液の全量は 2.5 L であった。Ca 塩を添加することによるスラリーの凝集が観察された。

凝集スラリーを戸過し、得られたケーキを 2 L の水中に再分散して 30 分間攪拌後戸過し、ケーキは乾燥して Si、Ca、Na の組成分析を行なった。なお、スラリーの戸過は 5 C の戸紙と口径 20 cm のプフナロートにてアスピレーターで減圧下にて行なったが 2 回とも各々 10 分のきわめて短時間で戸過が完了し、かつ戸過初期に戸紙からゲーサイトが戸液中にリークすることが無かった。水洗後のゲーサイトの分析値は表 1 の通りであった。

あった。

次に塩酸を加えて pH を 6 に調整し 30 分間攪拌した。粘度は 225 cP であり、ゲーサイトは凝集した。このあと硝酸カルシウム 0.5 g を溶解した水溶液を加えて 30 分間攪拌した。この時の懸濁液の全量は 2.5 L であった。添加量はゲーサイト 100 部に対して Ca 0.2 部に相当する。

pH 及び粘度は 5.6、420 cP であった。

凝集スラリーを戸過し、得られたケーキを 2 L の水中に再分散して 30 分間攪拌後戸過し、ケーキは乾燥して Si、Ca、Na、Cr の組成分析を行なった。なお、スラリーの戸過は 5 C の戸紙と口径 20 cm のプフナロートにてアスピレーターで減圧下にて行なったが 2 回とも各々 10 分のきわめて短時間で戸過が完了し、かつ戸過初期に戸紙からゲーサイトが戸液中にリークすることが全く無かった。水洗後のゲーサイトの分析値は表 2 の通りであった。

表-2 ゲーサイトの組成分析値

	ゲーサイト100重量部基準
Si	0.39
Ca	0.15
Na	4.2×10^{-1}
Cr	0.315

即ち水洗後のゲーサイト中に残留するナトリウム量はゲーサイト中に42 ppmときわめて少ないことがわかる。

なお、使用したゲーサイトは長軸0.45 μ 、短軸0.03 μ 、比表面積32m²/gの針状粒子であった。

実施例3

アルカリ側で合成したZnをFe100重量部に対して1.2重量部含有するゲーサイトを水洗し、ゲーサイト100g、水2ℓからなる懸濁液を調製した。懸濁液のpHは8.9であった。

次にSiO₂として3.21g含む1号水ガラスの水溶液を添加し30分間攪拌した。添加量はゲー

水洗後のゲーサイトの分析値は表-3の通りであった。

表-3 ゲーサイトの組成分析値

	ゲーサイト100重量部基準
Si	1.31
Ca	0.15
Na	7.3×10^{-1}
Zn	0.76

即ち水洗後のゲーサイト中に残留するナトリウム量はゲーサイト中に73 ppmときわめて少ないことがわかる。

なお、使用したゲーサイトは長軸0.5 μ 、短軸0.033 μ 、比表面積32m²/gの針状粒子であった。

実施例4

酸側領域で合成したゲーサイトを水洗し、ゲーサイト100g、水2ℓからなる懸濁液を調製した。

特開昭58-42704(4)

サイト100部に対しSi 1.5部に相当する。pH及び粘度は10.6、15 cPであった。

次に塩酸を加えてpHを7に調整し30分間攪拌した。粘度は12 cPであった。

このあと塩化カルシウム 0.6gを溶解した水溶液を加えて30分間攪拌した。この時の懸濁液の全量は2.5ℓであった。添加量はゲーサイト100部に対して0.22部に相当する。pH及び粘度は6.6、420 cPであり、Ca塩を添加することによりスラリーが凝集した。

凝集スラリーを濾過し、得られたケーキを2ℓの水中に再分散して30分間攪拌後濾過しケーキは乾燥してSi、Ca、Na、Znの組成分析を行った。

なお、スラリーの濾過は5Cの濾紙と、 ϕ 2.0 cm のプフナロートにてアスピレーターで減圧下にて行なったが2回とも1.0分のきわめて短時間で濾過が完了し、かつ濾過初期に濾紙からゲーサイトが濾液中にリークすることが全くなかった。

懸濁液のpHは5.4であった。カセイソーダを加えてpHを8.0に調整したあとSiO₂を1.62g含む3号水ガラスの水溶液を懸濁液に添加し、30分間攪拌した。pH及び粘度は各々10.0、12 cPであった。

次に硝酸を加えてpHを7に調整し30分間攪拌した。粘度は12 cPであった。このあと水酸化カルシウム0.01gを溶解させた水溶液を加えて30分間攪拌した。この時の懸濁液の全量は2.5ℓであった。pH及び粘度は9.3、320 cPであった。Si、Caの添加量はゲーサイト100部に対しSi 0.76部、Ca 0.054部に相当する。水洗、濾過は実施例1～3と同様に行ない、濾過性は実施例1～3と同様きわめて良好であった。

水洗後のゲーサイトの分析値は表-4の通りであった。

表-4 ゲーサイトの組成分析

	ゲーサイト100重量部基準
Si	0.74
Ca	0.09
Na	9×10^{-4}

即ち水洗後のゲーサイト中に残留するナトリウム量は90 ppm[※]ときわめて少ないことが明らかである。

なお使用したゲーサイトは長軸0.6 μ 、短軸0.04 μ 、比表面積25m²/gの針状粒子であった。

実施例5

実施例1で使用したのと同じ水洗ゲーサイト100g、水2Lからなる懸濁液を調製した。懸濁液のpHは9.2であった。

次にSiO₂を1.62g含む3号水ガラスの水溶液を懸濁液に添加し、30分間攪拌した。添加量はゲーサイト100部に対してSi 0.76部に相当する。

pH及び粘度は各々10.8、10 cPであった。

- 即ち水洗後のゲーサイト中に残留するナトリウム量はゲーサイト中に72 ppmときわめて少ないことがわかる。しかしゲーサイト中のSi被着量が若干低いことが示されている。

実施例6

実施例1で使用したのと同じ水洗ゲーサイト100g、水2Lからなる懸濁液を調製した。懸濁液のpHは9.2であった。メタリン酸ソーダ1.0gを溶解させた水溶液を懸濁液に加え、30分間攪拌した。添加量はゲーサイト100部に対してP 0.3部に相当する。pH及び粘度は10.7、10 cPであった。

次にSiO₂を1.62g含む3号水ガラスの水溶液を懸濁液に添加し、30分間攪拌した。添加量はゲーサイト100部に対してSi 0.76部に相当する。pH及び粘度は各々10.9、7 cPであった。

次に硝酸を加えてpHを7に調整し30分間攪拌した。粘度は8 cPであった。

このあと塩化カルシウム0.31gを溶解した水溶液を加えて30分間攪拌した。この時の懸濁液の

特開昭58-42704(5)

次に硝酸を加えてpHを9に調整し30分間攪拌した。粘度は9 cPであった。

このあと塩化カルシウム0.31gを溶解した水溶液を加えて30分間攪拌した。添加量はゲーサイト100部に対してCa 0.11部に相当する。

pH及び粘度は8.8、120 cPであった。Ca塩を添加することによりスラリーが凝集したのが観察された。

凝集スラリーを濾過し、得られたケーキを2Lの水中に再分散して30分間攪拌後濾過し、ケーキは乾燥してSi、Ca、Naの組成分析を行なった。なお、スラリーの濾過は実施例1と同じきわめて短時間で進行することができた。

水洗後のゲーサイトの分析値は表-5の通りであった。

表-5 ゲーサイトの組成分析値

	ゲーサイト100重量部基準
Si	0.59
Ca	0.09
Na	7.2×10^{-3}

全量は2.5Lであった。添加量はゲーサイト100部に対してCa 0.11部に相当する。pH及び粘度は6.8、350 cPであった。Ca塩を添加することによりスラリーが凝集したのが観察された。

凝集スラリーを濾過し、得られたケーキを2Lの水中に再分散して30分間攪拌後濾過し、濾液は先の濾液とともにPO₄³⁻の比色分析を行ないケーキは乾燥してSi、P、Ca、Naの組成分析を行なった。なお、スラリーの濾過は5Cの濾紙と口径20cmのプフナロートにてアスピレーターで減圧下にて行なったが2回とも各々10分のきわめて短時間で濾過が完了し、かつ濾過初期に濾紙からゲーサイトが濾液中にリークすることが全く無かった。

濾液、及び水洗後のゲーサイトの分析値は表-6、表-7の通りであった。

表-6 濾液のPO₄³⁻分析値

第1回濾液	1.2 ppm
第2回濾液	0.3 ppm

表-7 ゲーサイトの組成分析値

	ゲーサイト100重量部基準
Si	0.72
P	0.30
Ca	0.08
Na	7×10^{-3}

即ち水洗後のゲーサイト中に残留するナトリウム量はゲーサイト中に70 ppmとわかれて少ないことがわかる。

比較例1

実施例1に使用した水洗ゲーサイトを用いてゲーサイト100g、水2ℓからなる懸濁液を調合した。懸濁液のpHは9.2であった。

次にSiO₂を1.62g含む3号水ガラスの水溶液を懸濁液に添加し30分間攪拌した。pH及び粘度は各々10.7、10 cPであった。

次に硝酸を加えてpHを3.5に調整し30分間攪拌した。粘度は18 cPでありスラリーは強分散状状態にあった。スラリーを濾過し、得られたケー

即ちゲーサイト中に残留するナトリウム量は水洗を強化しても400 ppm以下にするのが困難なことが明らかである。

比較例2

実施例1に使用した水洗ゲーサイトを用いてゲーサイト100g、水2ℓからなる懸濁液を調合した。懸濁液のpHは9.2であった。次にSiO₂を1.62g含む3号水ガラスの水溶液を懸濁液に添加し30分間攪拌した。pH及び粘度は各々10.3、11 cPであった。次に硝酸を加えてpHを6.0に調整し30分間攪拌した。粘度は320 cPに上昇し、目視ではスラリーが凝集しているのが観察された。

該スラリーを濾過し、得られたケーキを2ℓの水中に再分散して30分間攪拌後、濾過し、得られたケーキを一部分分析用にサンプリングし、残量を更に2ℓの水中に再分散して30分間攪拌後、濾過した。なお、濾過は5℃の濾紙と口径20 cmのプフナロートにてアスピレータで減圧下にて行なった。濾過性は良好で各濾液とも10分で濾過

特開昭58-42704(6)

ケーキを2ℓの水中に再分散して30分間攪拌後濾過し、得られたケーキを一部分分析用にサンプリングし、残量を更に2ℓの水中に再分散して30分間攪拌後濾過した。各水洗段階のゲーサイトの組成分析を行なった。なお、濾過は5℃の濾紙と口径20 cmのプフナロートにてアスピレータで減圧下にて行なった。濾過の初期に濾紙からゲーサイトが濾液中にリークし、数回濾液を戻して濾過を行なったが所要時間は延べ16~20時間を要した。更に2回洗浄処理をしたケーキをゲーサイトとして20g相当量を2ℓの水に再分散し、90℃に加熱して30分間攪拌後濾過した。濾過所要時間は16時間を要した。

水洗ケーキの分析値を表-8に示す。

表-8 ゲーサイトの組成分析(ゲーサイト100重量部基準)

	第1回水洗 ゲーサイト	第2回水洗 ゲーサイト	第3回水洗 ゲーサイト
Si	0.75	0.73	0.72
Na	4.3×10^{-3}	4.1×10^{-3}	4.1×10^{-3}

が完了した。

更に2回洗浄処理をしたケーキをゲーサイトとして20g相当量を2ℓの水に再分散し、90℃に加熱して30分間攪拌後濾過した。濾過所要時間は15分を要した。

水洗ケーキの分析値を表-9に示す。

表-9 ゲーサイトの組成分析(ゲーサイト100重量部基準)

	第1回水洗 ゲーサイト	第2回水洗 ゲーサイト	第3回水洗 ゲーサイト
Si	0.70	0.68	0.64
Na	8.8×10^{-3}	8.1×10^{-3}	6.3×10^{-3}

即ちゲーサイト中に残留するナトリウム量は水洗を強化しても630 ppmと高い値であった。

実施例7

実施例1において被着したゲーサイトを電気炉を用いて空気中350℃で2時間焼成してヘマタイトとし更に650℃で4時間焼成して比表面積30 m²/gのヘマタイトを得た。該ヘマタイトを

特開昭58-42704(7)

450℃のH₂気流中で還元して還元鉄粉とし、N₂で雰囲気置換し室温まで放冷したのちN₂中にO₂で0.2%に相当する量の空気を混合し還元鉄粉に2時間通気し、その後、O₂量を倍増させてゆき最終的に全量空気に置換し、還元鉄粉の表面に酸化被膜を形成させた。該磁性鉄粉の磁気特性を最大磁界10 K Gaussで測定したところ抗磁力(Hc)1230 Oe、磁化量(μs)166 emu/g、角形比(R)0.51であった。なお比表面積は29 m²/gであった。

該磁性鉄粉50gを熱可塑性ポリウレタン樹脂25%のメチルエチルケトン溶液20g、メチルエチルケトン75g、平滑化助剤としてシリコン系添加剤0.1gの各々とともにステンレス製容器に入れ、アルミナ製ボールを用いてペイントコンディショナーで8時間分散処理して分散物を得た後、上記熱可塑性ポリウレタン樹脂25%のメチルエチルケトン溶液20gを追加し、更にメチルエチルケトンで希釈して粘度を調整し磁性塗料を得た。この磁性塗料を12μ厚さの強化ポリエ

チレンテレフタレートフィルムにバーコーターを用いて乾燥膜厚が約4μになるように塗布し磁界を通して磁性粒子の配向を行なった後、熱風乾燥を行ないカレンダーロールによる平滑化を行なった後評価用の磁気テープを得た。これを最大磁界10 K Gaussで測定したところ、磁気特性は(Hc)1170 Oe、残留磁化量(Br)2990 G、Br/Bm=0.82という良好な結果を得た。ここでBmは飽和磁化量である。

このようにBr及びBr/Bmが高い値を示すのは磁性鉄粉粒子の針状性保持が良好でかつ粒子間の凝集がないことを示している。

実施例8～12

実施例2～6のゲーサイトを用いて実施例7と同様な処理を行なった結果を表-10に示す。いずれも磁性鉄粉粒子の針状性保持が良好でかつ分散性配向性に悪影響をもたらすような粒子間の凝集がないことを示している。

表-10

実施例	使用ゲーサイト	仮焼			還元 ℃	磁性鉄粉の磁気特性・比表面積				磁気テープの磁気特性		
		脱水	焼きしめ	比表面積		Hc	μs	R	比表面積	Hc	Br	Br/Bm
8	実施例2で被着したゲーサイト	×2時間 350℃	×4時間 650℃	32m ² /g	450	1220 Oe	165 emu/g	0.51	32m ² /g	1150 Oe	3000 G	0.80
9	実施例3で被着	350℃	750℃	32m ² /g	400	1200	162	0.51	31	1130	2960	0.82
10	実施例4で被着	350℃	650℃	28m ² /g	400	1180	170	0.50	27	1090	2940	0.79
11	実施例5で被着	350℃	600℃	30m ² /g	420	1230	167	0.51	29	1150	2980	0.80
12	実施例6で被着	350℃	650℃	32m ² /g	450	1240	164	0.51	32	1140	2990	0.79

特開昭58-42704(8)

比較例3～4

比較例1～2のゲーサイト(いずれも第3回水洗ゲーサイト)を用いて実施例7と同様な処理を行なった結果を表11に示す。いずれも磁性鉄粉粒子の分散性・配向性が実施例7～12にくらべて劣っており残留ナトリウムの悪影響と考えられる。

表 - 11

比較例	使用ゲーサイト	仮焼			還元	磁性鉄粉の磁気特性・比表面積				磁気テープの磁気特性		
		脱水	焼きしめ	比表面積		Hc	σ_s	R	比表面積	Hc	Br	Br/Bm
3	比較例1	350°C×2 ^H	650°C×4 ^H	29m ² /g	450°C	1220 ^{Oe}	162 ^{cm³/g}	0.51	29m ² /g	1150 ^{Oe}	2640 ^G	0.75
4	比較例2	"	"	29m ² /g	"	1210	163	0.51	29m ² /g	1140	2580	0.74